

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-164268

(43)Date of publication of application : 19.06.2001

(51)Int.Cl.

C10G 73/04
C10G 73/12

(21)Application number : 11-376392

(71)Applicant : TOHO CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 09.12.1999

(72)Inventor : HAGA NAOKI
NIHONGI TOKIHIRO

(54) NEW DEWAXING AUXILIARY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To develop a dewaxing auxiliary effective for all the wax-containing hydrocarbon oils (especially heavy oil) in a method for dewaxing a solvent using a dewaxing auxiliary,

SOLUTION: In a process for dewaxing a solvent of wax-containing hydrocarbon oil, a mixture of three kinds of a polyalkyl methacrylate having a 10-22C alkyl chain length and 10,000-800,000 average molecular weight, a polyalkyl (meth)acrylate having a 18-30C alkyl chain length and 10,000-800,000 average molecular weight and a polyalkylated naphthalene condensate having 1,000-100,000 average molecular weight is used as the dewaxing auxiliary.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2001-164268
(P2001-164268A)

(43)公開日 平成13年6月19日 (2001.6.19)

(51)Int.Cl.⁷

識別記号

FI

テ-コ-ト* (参考)

C10G 73/04
73/12

C10G 73/04
73/12

審査請求 未請求 請求項の数2 書面 (全7頁)

(21)出願番号 特願平11-376392

(22)出願日 平成11年12月9日 (1999.12.9)

(71)出願人 000221797

東邦化学工業株式会社
東京都中央区明石町6番4号

(72)発明者 羽賀 尚樹

神奈川県横須賀市浜見台1-14-2 静心
寮307

(72)発明者 二本木 時洋

神奈川県横浜市青葉区奈良4-4-1 ヴ
ェルディール奈良4-206

(54)【発明の名称】 新規脱ロウ助剤

(57)【要約】

【課題】 脱ロウ助剤を用いる溶剤脱ロウ法において、
全ての含ロウ炭化水素油（特に重質系）に有効な脱ロウ
助剤を開発する。

【解決手段】 含ロウ炭化水素油の溶剤脱ロウ工程にお
いて、C10～20個のアルキル鎖長を有し平均分子量
10,000～800,000のポリアルキルメタクリ
レート、C18～30個のアルキル鎖長を有し平均分子
量10,000～800,000のポリアルキル（メ
タ）アクリレート及び平均分子量1,000～100,
000のポリアルキル化ナフタリン縮合物を脱ロウ助剤
とし3種類混合使用する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 含ロウ炭化水素油に脱ロウ溶剤及び脱ロウ助剤とを溶解し冷却することによりワックスを析出させ、析出したワックスを（液体／固体分離方法により）除去し脱ロウ油を得る脱ロウ方法で、（A）炭素数10～20個のアルキル鎖長を有し平均分子量10,000～800,000のポリアルキルメタクリレート、

（B）炭素数18～30個のアルキル鎖長を有し平均分子量10,000～800,000のポリアルキル（メタ）アクリレート及び（C）平均分子量1,000～100,000のポリアルキル化ナフタリン縮合物を3種混合することを特徴とした脱ロウ助剤。

【請求項2】 成分（A）、（B）、（C）から成る脱ロウ助剤を、 $A/B=200/1\sim9/1$ （重量比）とした時に $A+B/C=10/1\sim1/10$ の比であり、それらを含ロウ炭化水素油に対し0.01～1.00mass%で添加する請求項1に記載の脱ロウ助剤。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は脱ロウ助剤を用いる溶剤脱ロウ法に関するものであり、特に脱ロウ工程において含ロウ炭化水素油と脱ロウ助剤を脱ロウ溶剤に溶解させて冷却し含ロウ炭化水素油に存在するワックスを析出させ、析出したワックスを液体／固体分離方法により分離を行ない脱ロウ油を生成させる溶剤脱ロウ法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】一般に原油から炭化水素油を製造するには、まず原油を常圧蒸留し、その残油を更に減圧蒸留することにより、低粘度から高粘度までの各種含ロウ炭化水素油及び減圧蒸留残油に分離する。減圧蒸留残油からこれらをさらに溶剤脱れき処理し、アスファルト分を除去することにより、最も粘度の高い含ロウ炭化水素油であるブライトストックを製造することが出来る。こうして得られた各種粘度の含ロウ炭化水素油は、溶剤抽出、水素化精製及び脱ロウの組み合わせ、又は水素化分解、溶剤抽出、水素化精製及び脱ロウの組み合わせ等、一連の処理工程にかけられ、炭化水素油となる。これら上記の製造工程のうち脱ロウ工程は、含ロウ炭化水素油中のロウ分を除去し、低流動点の炭化水素油を製造する工程を言う。

【0003】工業的に脱ロウ工程を行なう場合は途中プレスろ過を行う時がある、この場合、含ロウ炭化水素油を溶剤不存在下で冷却しワックスを析出させて、これをプレスろ過する。一般的にプレスろ過工程を含む脱ロウ法では、粘度による制限のためライト系含ロウ炭化水素油しか処理できない。そのため、一般的には、ライト系、ヘビー系等の処理が可能な溶剤脱ロウ法が用いられる。溶剤脱ロウ法は、含ロウ炭化水素油、脱ロウ溶剤及び脱ロウ助剤を溶解し冷却を行いながらワックスを析出

させ、スラリーを形成させる。このスラリーを固体／液体分離機（ろ過、遠心分離等）に供給し、分離後脱ロウ溶剤を取り除き脱ロウ油を得る。

【0004】溶剤脱ロウ法に使用する脱ロウ溶剤は、炭化水素類（プロパン、プロピレン、ブタン、ペンタンなど）、ケトン類（アセトン、メチルエチルケトン（MEK）、メチルイソブチルケトン（MIBK）及びその混合物）、芳香族炭化水素類（ベンゼン、トルエン、キシレン）、ケトン類と芳香族炭化水素との混合物（MEK／トルエン及びアセトン／ベンゼン）がある。

【0005】溶剤脱ロウ工程で処理能力の制限する因子にスラリーからのワックスろ過速度がある、この速度は析出したワックスの結晶構造により影響を受ける。析出したワックスの結晶構造は、脱ロウ工程における操作条件によって影響される。特に冷却速度、攪拌速度、冷却温度等条件の変化により同じ含ロウ炭化水素油でも析出したワックスの寸法、結晶構造、結晶中における油等の状態は著しく変化し、ろ過速度及び脱ロウ油の収率に影響を及ぼす。特に含ロウ炭化水素油がブライトストックの場合、ワックス結晶は微細であるためろ過による分離において、ろ過速度低下、脱ロウ油収率の減少、微細結晶の通過による脱ロウ油の流動点上昇、フィルターが目詰まり等、度々トラブルを生じ、これらの解決法が切望されてきた。ろ過速度及び脱ロウ油収率向上には種々のプロセス上の改良が行なわれているが容易な操作でかつ効果の大きな方法に脱ロウ助剤を添加する方法が実施されている。特にプロパン脱ロウのような自己冷却式の脱ロウ法では脱ロウ助剤を添加することが必須とされてきた。

【0006】脱ロウ助剤には、これまで下記の技術が公知の技術となっている。特公昭45-15379、特公昭49-26922、特開昭54-11104には、ポリエチレン酢酸ビニルとポリアルキルアクリレートもしくは、ポリアルキルメタアクリレートとの混合使用による効果が記載されている。特開昭45-15379、特公昭49-46361、特開昭53-129202には、ポリアルキルナフタリン縮合物、もしくはポリアルキルメタアクリレートとの混合の使用による効果が記載されている。特開昭53-121804、特開昭53-121803には、 α -オレフィン重合体、もしくは酢酸ビニルとの共重合体の使用による効果が記載されている。特開昭40-4210、特開昭54-123102、特開昭57-30792、特開平7-316567には、ポリアルキルアクリレートの使用による効果が記載されている。特開昭55-89392には、ポリビニルピロリドンの使用による効果が記載されている。特開昭60-217218、特開昭61-247793には、フマル酸ジアルキルと酢酸ビニルとの共重合体の使用による効果が記載されている。特公平7-116454には、炭素数10～26個のアルキル鎖長を有し数平均分子量3,0

00~500, 000のポリアルキルアクリレートと炭素数10~20個のアルキル鎖長を有し数平均分子量5, 000~20, 000ポリアルキルメタアクリレートの混合による使用が記載され、これらの混合比が1/6~2/1であると提案されているが、ポリアルキルアクリレートのアルキル基部分の炭素数16以上が50%以上であるため、このようにポリアルキルアクリレートの混合量が比較的多くなると製品の流動点が高くなり取扱いが困難になる。またプロパン脱ロウでは、あまり十分な効果は得られなかった。

【0007】しかしこれら上記の中で現在、多く使用されている脱ロウ助剤としては、ポリアルキルメタアクリレート、ポリアルキルアクリレート、ポリエチレン酢酸ビニル、ポリアルキルナフタリン縮合物がある。しかし、これらの脱ロウ助剤では、ライト系~ブライストック全ての含ロウ炭化水素油に対し十分な効果があるとは言えない。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする問題は、現在使用されている脱ロウ助剤ではブライストックのような含ロウ炭化水素油では、たびたび目詰まり等のトラブルの為、ろ過速度、脱ロウ油収率の低下が生じ脱ロウ効率が十分改善されたとは言えない。そこで、脱ロウ助剤を用いる溶剤脱ロウ法において、ライト系はもとより、ヘビー系、ブライストックのような含ロウ炭化水素油に対しても効果のある脱ロウ助剤、即ち、ろ過速度、脱ロウ油収率を向上させる脱ロウ助剤を探索する事にある。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者は、これら上記の問題を解決するため鋭意検討した結果本発明に達したのである。すなわち、ポリアルキルメタアクリレート、ポリアルキル(メタ)アクリレートとポリアルキル化ナフタリン縮合物を混合することによりヘビー系、ブライストックのような比較的トラブルの多い含ロウ炭化水素油に対して、特にろ過速度を大幅に向上させ優れた性能を有する脱ロウ助剤として得られるという発見に基づくものである。

【0010】脱ロウ方法としては、いろいろとあるが、本発明による脱ロウ助剤の使用において有用な溶剤脱ロウ法は常温で気体の炭化水素類(プロパン、プロピレン、ブタン、ブテン)などを使用する脱ロウ法である。この時に使用する脱ロウ助剤は下記で示す合成物(A)炭素数10~20個のアルキル鎖長を有し平均分子量10, 000~800, 000のポリアルキルメタアクリレート、(B)炭素数18~30個のアルキル鎖長を有し平均分子量10, 000~800, 000のポリアルキル(メタ)アクリレート及び(C)平均分子量1, 000~100, 000のポリアルキル化ナフタリン縮合物であり、これら3種の合成物を、 $A/B=200/1\sim$

9/1(重量比)とした時に $A+B/C=10/1\sim1/10$ の比であり、それらを含ロウ炭化水素油に対し0.01~1.00mass%の範囲で添加することである。

【0011】すなわち、本発明は、平均分子量とアルキル基の炭素数が特定の範囲内にあるポリアルキルメタアクリレート、ポリアルキル(メタ)アクリレートとポリアルキル化ナフタリン縮合物の3種類混合物を含ロウ炭化水素油の脱ロウ工程に脱ロウ助剤として用いることを特徴とする。

【0012】本発明品を得るためには様々な方法がある。ポリアルキルメタアクリレート(A)及びポリアルキル(メタ)アクリレート(B)を得る方法は、例えば、反応装置に各々のモノマーと反応溶媒を加え窒素置換後、加熱を行ない、一般的に使用される開始剤を投入する事により、重合を行ない各々のポリマーが得られる。

【0013】ポリアルキル化ナフタリン縮合物(C)を得る方法として例えば、塩素化パラフィンにナフタリンを加え加熱を行ない溶解し、そこへ触媒である塩化アルミニウムを投入し反応させることにより得られる。

【0014】これら上記3種類は、取扱いが容易なように好ましくは鉱油等で10~80%の濃度に調整を行ない、3種類の混合割合を変化させることにより使用される。

【0015】本発明に関する脱ロウ助剤の添加方法は、冷却前に含ロウ炭化水素油中に均一に溶解されていれば特に限定はされず、脱ロウ溶剤中にあらかじめ溶解しておくことも作業効率の点で好ましい。尚、本発明に関する脱ロウ助剤は、本発明の効果を損なわない範囲で他の成分を添加しても良い。

【0016】

【発明の実施の形態】含ロウ炭化水素油を脱ロウ溶剤に溶かし成分(A)、(B)及び(C)より成る脱ロウ助剤を添加し均一にし加熱する。次いで、混合物を所定の温度まで冷却する、この冷却において析出ワックス、脱ロウ油、脱ロウ溶剤、脱ロウ助剤から成るスラリーを生成させ、次いでスラリーをろ過によりワックス分離を行ない脱ロウ溶剤を除去することにより脱ロウ油を得る。この時のろ過速度、脱ロウ油収率を測定し脱ロウ助剤の性能を評価した。

【0017】

【実施例】以下に合成例、試験方法、実施例をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの合成例、試験方法、実施例に限定されるものではない。

【0018】合成例1

炭素数12~18($C12=24\%$, $C14=23\%$, $C16=27\%$, $C18=25\%$)のアルキルメタアクリレートと反応溶媒を反応容器へ投入し十分に窒素置換を行ない、その後一般的に使用されている開始剤を加え

10

20

30

40

50

昇温を行ない、その後10時間熟成することにより平均分子量450,000のポリアルキルメタアクリレート(A)を得た。

【0019】合成例2

炭素数18~22(C18=43%, C20=11%, C22=44%)のアルキルアクリレートと反応溶媒を反応容器へ投入し十分に窒素置換を行ない、その後一般的に使用されている開始剤を加え昇温を行ない、その後8時間熟成することにより平均分子量400,000のポリアルキルアクリレート(B)を得た。

【0020】合成例3

反応容器中へ、塩素化パラフィンとナフタリンを投入し60~65℃で加熱を行ない、そこへ触媒である無水塩素化アルミニウムを30分間で連続的に滴下する。添加後数分して、塩酸ガスを激しく発生して反応する。触媒滴下後5時間でスチームを導入し触媒を分解させる。トルエンを加えてアルミニウムイオンが無くなるまで塩酸5%水溶液、温水、1%炭酸水素ナトリウム水溶液で良く洗う。残存する水は、トルエンと共沸脱水して除き無水の状態にする。このとき有機塩素を多少含有しているのでアルキルエチレンジアミンを0.5%加えてトルエンの沸点で還流させながら2時間反応させる。その後、冷却して中性となるまで水洗し、トルエンを溜去することにより平均分子量40,000のポリアルキルナフタリン縮合物(C)を得た。

【0021】合成例4

炭素数12~15(C12=20%, C13=31%, C14=33%, C15=16%)のアルキルアクリレートと反応溶媒を反応容器へ投入し十分に窒素置換を行ない、その後一般に使用されている開始剤を加え昇温を行ない、その後10時間熟成することにより平均分子量400,000のポリアルキルアクリレート(D)を得た。

【0022】試験方法

含ロウ炭化水素油(ライト系、ヘビー系、ブライストック)をノルマルヘキサン(含ロウ炭化水素油に対し4倍)に50℃で加熱し溶解させ、そこへ、上記で合成した脱ロウ助剤を加え攪拌しながら冷却速度2℃/分で-40℃まで冷却を行なった。その後ワックス、ノルマルヘキサン、脱ロウ油、脱ロウ助剤から成るスラリーを実機装置に使用しているろ布を使用し、600mmHgで減圧ろ過を行ない、50mlになった時の速度を求め、得られたろ液と、ろ過後ワックスの各々含有するノルマルヘキサンをエバポレーターにより除き重量から収率を求めた。

【0023】実施例1

合成例1で得られた(A)1.0g、合成例2で得られた(B)0.1g、合成例3で得られた(C)2.0g

を混合し、これら3種混合物0.5g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0024】実施例2

合成例1で得られた(A)1.0g、合成例2で得られた(B)0.1g、合成例3で得られた(C)2.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0025】実施例3

合成例1で得られた(A)1.0g、合成例2で得られた(B)0.05g、合成例3で得られた(C)1.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0026】実施例4

合成例1で得られた(A)1.0g、合成例2で得られた(B)0.05g、合成例3で得られた(C)1.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0027】比較例1

脱ロウ助剤を添加せず、ライト系含ロウ炭化水素油200gのみ使用し試験方法に従い試験を行なった。

【0028】比較例2

合成例1で得られた(A)1.0g、合成例4で得られた(D)0.1g、合成例3で得られた(C)2.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0029】比較例3

合成例1で得られた(A)1.0g、合成例4で得られた(D)0.1g、合成例3で得られた(C)2.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0030】比較例4

合成例1で得られた(A)4.0g、合成例4で得られた(B)1.0gを混合し、これら2種混合物0.5g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0031】比較例5

合成例1で得られた(A)4.0g、合成例4で得られた(B)1.0gを混合し、これら2種混合物0.2g、ライト系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0032】以上の実施例1~4、比較例1~5で得られたライト系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能を表1に示した。

【0033】

【表1】

ライト系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	重量比	添加量 (%)	ろ過速度 (ml/s)	脱ロウ油 収率 (%)
実施例1	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.25	51.0	59.8
実施例2	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.10	42.0	58.2
実施例3	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.25	41.9	57.9
実施例4	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.10	40.3	57.2
比較例1	—	—	—	20.3	48.9
比較例2	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.25	30.2	56.6
比較例3	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.10	29.2	55.1
比較例4	A/B	4.0/1.0	0.25	27.5	54.2
比較例5	A/B	4.0/1.0	0.10	25.5	56.5

【0034】実施例5

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0035】実施例6

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0036】実施例7

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.05g、合成例3で得られた(C) 1.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0037】実施例8

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.05g、合成例3で得られた(C) 1.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0038】比較例6

脱ロウ助剤を添加せず、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gのみ使用し試験方法に従い試験を行なった。

【0039】比較例7

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例4で得られた(D) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0040】比較例8

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例4で得られた(D) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0041】比較例9

合成例1で得られた(A) 4.0g、合成例4で得られた(B) 1.0gを混合し、これら2種混合物0.5g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0042】比較例10

合成例1で得られた(A) 4.0g、合成例4で得られた(B) 1.0gを混合し、これら2種混合物0.2g、ヘビー系含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行なった。

【0043】以上の実施例5～8、比較例6～10で得られたヘビー系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能を表2に示した。

【0044】

【表2】

ヘビー系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	重量比	添加量 (%)	ろ過速度 (ml/s)	脱ロウ油 収率 (%)
実施例 5	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.25	120.2	66.2
実施例 6	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.10	108.1	68.9
実施例 7	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.25	78.8	60.8
実施例 8	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.10	70.6	59.7
比較例 6	—	—	—	17.6	60.0
比較例 7	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.25	50.9	60.0
比較例 8	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.10	48.8	57.8
比較例 9	A/B	A/B	0.25	88.6	59.9
比較例 10	A/B	A/B	0.10	80.5	58.8

【0045】実施例9

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0046】実施例10

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0047】実施例11

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.05g、合成例3で得られた(C) 1.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0048】実施例12

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例2で得られた(B) 0.05g、合成例3で得られた(C) 1.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0049】比較例11

脱ロウ助剤を添加せず、ブライストック含ロウ炭化水素油200gのみ使用し試験方法に従い試験を行った。

【0050】比較例12

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例4で得られた(D) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.5g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0051】比較例13

合成例1で得られた(A) 1.0g、合成例4で得られた(D) 0.1g、合成例3で得られた(C) 2.0gを混合し、これら3種混合物0.2g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0052】比較例14

合成例1で得られた(A) 4.0g、合成例4で得られた(B) 1.0gを混合し、これら2種混合物0.5g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0053】比較例15

合成例1で得られた(A) 4.0g、合成例4で得られた(B) 1.0gを混合し、これら2種混合物0.2g、ブライストック含ロウ炭化水素油200gを試験方法に従い試験を行った。

【0054】以上の実施例9～12、比較例11～15で得られたブライストック含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能を表3に示した。

【0055】

【表3】

ブライトストック含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	重量比	添加量 (%)	ろ過速度 (ml/s)	脱ロウ油 収率 (%)
実施例 9	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.25	60.3	58.8
実施例 10	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.10	50.9	55.8
実施例 11	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.25	40.3	52.0
実施例 12	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.10	38.6	50.0
比較例 11	—	—	—	9.8	45.1
比較例 12	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.25	25.9	48.3
比較例 13	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.10	22.3	49.8
比較例 14	A/B	A/B	0.25	19.9	49.2
比較例 15	A/B	A/B	0.10	15.3	47.2

【0056】

【発明の効果】表1～3より明らかな様に、本発明品の脱ろう助剤を脱ロウ工程において使用すると、ろ過速度を大幅に改良出来る。比較例2～5、7～10、12～15では脱ロウ助剤を全く使用しない場合（比較例1、

6、11）に比べ、ろ過速度、収率は向上する。しかし、本発明による3種類混合では、比較例よりも、ろ過速度を向上させる効果がある。これは本発明品による格別の効果である。

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-164268

(43)Date of publication of application : 19.06.2001

(51)Int.Cl. C10G 73/04
C10G 73/12

(21)Application number : 11-376392

(71)Applicant : TOHO CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 09.12.1999

(72)Inventor : HAGA NAOKI
NIHONGI TOKIHIRO

(54) NEW DEWAXING AUXILIARY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To develop a dewaxing auxiliary effective for all the wax-containing hydrocarbon oils (especially heavy oil) in a method for dewaxing a solvent using a dewaxing auxiliary,

SOLUTION: In a process for dewaxing a solvent of wax-containing hydrocarbon oil, a mixture of three kinds of a polyalkyl methacrylate having a 10-22C alkyl chain length and 10,000-800,000 average molecular weight, a polyalkyl (meth)acrylate having a 18-30C alkyl chain length and 10,000-800,000 average molecular weight and a polyalkylated naphthalene condensate having 1,000-100,000 average molecular weight is used as the dewaxing auxiliary.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the
examiner's decision of rejection or application converted
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

*** NOTICES ***

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] By the delow approach of removing the wax which the wax was deposited and deposited by dissolving a delow solvent and a delow assistant in a ** low hydrocarbon oil, and cooling (a liquid / the solid-state separation approach), and obtaining dewaxing oil (A) It has the alkyl chain length of 10-20 carbon numbers. The poly alkyl methacrylate of average molecular weight 10,000-800,000, (B) Delow assistant characterized by having the alkyl chain length of 18-30 carbon numbers, and mixing three sorts of Pori alkylation naphthalene condensates of the poly alkyl (meta) acrylate of average molecular weight 10,000-800,000, and the (C) average molecular weight 1,000-100,000.

[Claim 2] The delow assistant according to claim 1 which is the ratio of $A+B/C=10 / 1 - 1/10$ when the delow assistant which consists of a component (A), (B), and (C) is set to $A/B=200 / 1 - 9/1$ (weight ratio), and adds them at 0.01 - 1.00mass% to a ** low hydrocarbon oil.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the solvent delow method dissociate the wax which the wax which is made to dissolve a ** low hydrocarbon oil and a delow assistant in a delow solvent especially in a delow process, cools about the solvent delow method for using a delow assistant, and exists in a ** low hydrocarbon oil was deposited, and deposited by the liquid / the solid-state separation approach, and make dewaxing oil generate.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to manufacture a hydrocarbon oil from a crude oil generally, it separates into the ***** low hydrocarbon oil and vacuum distillation residual oil from hypoviscosity to hyperviscosity by carrying out atmospheric distillation of the crude oil first, and carrying out vacuum distillation of the residual oil further. The bright stock which are ** low hydrocarbon oils with the highest viscosity can be manufactured by carrying out solvent deasphalting processing of these further from vacuum distillation residual oil, and removing a part for asphalt. In this way, solvent extraction, hydrorefining and the combination of a delow or hydrocracking, solvent extraction, hydrorefining, the combination of a delow, etc. are applied to a series of down stream processing, and the ** low hydrocarbon oil of the obtained various viscosity turns into a hydrocarbon oil. Among the production processes of these above, a delow process removes a part for the low in a ** low hydrocarbon oil, and says the process which manufactures the hydrocarbon oil of the low pour point.

[0003] When [this] performing a delow process industrially and press filtration may be performed the middle, a ** low hydrocarbon oil is cooled under solvent un-existing, a wax is deposited, and press filtration of this is carried out. By the delow method which generally includes a press filtration process, only a light system ** low hydrocarbon oil can be processed for the limit by viscosity. Therefore, generally the solvent delow method which can process a light system, a heavy system, etc. is used. The solvent delow method deposits a wax, cooling by dissolving a ** low hydrocarbon oil, a delow solvent, and a delow assistant, and makes a slurry form. This slurry is supplied to a solid-state / liquid separators (filtration, centrifugal separation, etc.), the delow solvent after separation is removed, and dewaxing oil is obtained.

[0004] The delow solvent used for the solvent delow method has mixture (MEK / toluene, and an acetone/benzene) with hydrocarbons, ketones (a propane, a propylene, butane, pentane, etc.) (an acetone, a methyl ethyl ketone (MEK), methyl isobutyl ketone (MIBK), and its mixture), aromatic hydrocarbon (benzene, toluene, xylene), ketones, and aromatic hydrocarbon.

[0005] This rate that has the wax filtration velocity from a slurry in the factor which a throughput restricts at a solvent delow process is influenced according to the crystal structure of the depositing wax. The crystal structure of the depositing wax is influenced according to the operating condition in a delow process. Especially the condition of the oil under the dimension of the wax in which the same ** low hydrocarbon oil also deposited by change of conditions, such as a cooling rate, agitating speed, and cooling temperature, the crystal structure, and crystal etc. changes remarkably, and affects filtration velocity and the yield of dewaxing oil. When ** low hydrocarbon oils are bright stock, since the wax crystal is detailed, in separation by filtration, a filtration-velocity fall, reduction of dewaxing oil yield, a pour point rise of the dewaxing oil by passage of a fine crystal, the blinding of a filter, etc. produced the trouble frequently, and it has been especially anxious for these solution. Although amelioration on various processes is performed for filtration velocity and improvement in dewaxing oil yield, the approach of being easy actuation and adding a delow assistant to the big approach of effectiveness is enforced. By the delow method of a self-cooling type like especially a propane delow, it has been made indispensable to add a delow assistant.

[0006] The technique of the former following is a well-known technique at the delow assistant. The effectiveness by mixed use with polyethylene vinyl acetate, poly alkyl acrylate, or poly alkylmetaacrylate is indicated by JP,45-15379,B,

JP,49-26922,B, and JP,54-11104,A. The use **** effectiveness of mixing with the poly alkyl naphthalene condensate or poly alkylmetaacrylate is indicated by JP,45-15379,A, JP,49-46361,B, and JP,53-129202,A. The use **** effectiveness of an alpha olefin polymer or a copolymer with vinyl acetate is indicated by JP,53-121804,A and JP,53-121803,A. The use **** effectiveness of poly alkyl acrylate is indicated by JP,40-4210,A, JP,54-123102,A, JP,57-30792,A, and JP,7-316567,A. The use **** effectiveness of a polyvinyl pyrrolidone is indicated by JP,55-89392,A. The use **** effectiveness of the copolymer of fumaric-acid dialkyl and vinyl acetate is indicated by JP,60-217218,A and JP,61-247793,A. Although it is proposed by JP,7-116454,B that it has the alkyl chain length of 10-26 carbon numbers, and has the alkyl chain length of the poly alkyl acrylate of number average molecular weight 3,000-500,000 and 10-20 carbon numbers, use by mixing of number average molecular weight 5,000 - 20,000 poly alkylmetaacrylate is indicated, and these mixing ratios are 1 / 6 - 2/1, since 16 or more carbon numbers of the alkyl group part of poly alkyl acrylate are 50% or more. If the amount of mixing of poly alkyl acrylate increases comparatively in this way, the pour point of a product will become high and handling will become difficult. Moreover, not much sufficient effectiveness was not acquired in a propane delow.

[0007] However, as current and a delow assistant currently used, there are poly alkylmetaacrylate, poly alkyl acrylate, polyethylene vinyl acetate, and a poly alkyl naphthalene condensate in these above. [many] However, in these delow assistants, it cannot be said that it is about sufficient effectiveness to all the ** low hydrocarbon oil of a light system - bright stock.

[0008]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] From ** low hydrocarbon oil like bright stock, frequently, because of troubles, such as blinding, decline in filtration velocity and dewaxing oil yield arises, and the problem which this invention tends to solve cannot be said to be that delow effectiveness has been improved enough by the delow assistant by which current use is carried out. then, in the solvent delow method using a delow assistant, it boils that a light system searches for the delow assistant which raises a heavy system and the delow assistant which is effective to every ** low hydrocarbon oil like bright stock, i.e., filtration velocity, and dewaxing oil yield from the first.

[0009]

[Means for Solving the Problem] this invention person reached this invention, as a result of inquiring wholeheartedly, in order to solve the problem of these above. That is, it is based on the discovery which has the engine performance which raised especially filtration velocity sharply and was excellent of being obtained as a delow assistant, to a heavy system and a ** low hydrocarbon oil with comparatively many troubles like bright stock by mixing poly alkyl methacrylate, poly alkyl (meta) acrylate, and the Pori alkylation naphthalene condensate.

[0010] Although it is [that it is various and] as the delow approach, in use of the delow assistant by this invention, the useful solvent delow method is the delow method which uses gaseous hydrocarbons (a propane, a propylene, butane, butene) in ordinary temperature. The delow assistant used at this time has the alkyl chain length of 10-20 compost (A) carbon numbers shown below. The poly alkyl methacrylate of average molecular weight 10,000-800,000, (B) It has the alkyl chain length of 18-30 carbon numbers, and is the Pori alkylation naphthalene condensate of the poly alkyl (meta) acrylate of average molecular weight 10,000-800,000, and the (C) average molecular weight 1,000-100,000. When these three sorts of composts are set to $A/B=200 / 1 - 9/1$ (weight ratio), it is the ratio of $A+B/C=10 / 1 - 1/10$, and it is adding them in 0.01 - 1.00mass% to a ** low hydrocarbon oil.

[0011] That is, this invention is characterized by using for the delow process of a ** low hydrocarbon oil the three-kind mixture of average molecular weight, the poly alkyl methacrylate and the poly alkyl (meta) acrylate which have the carbon number of an alkyl group within the limits of specification, and the Pori alkylation naphthalene condensate as a delow assistant.

[0012] In order to obtain this invention article, there are various approaches. The method of obtaining poly alkylmetaacrylate (A) and poly alkyl (meta) acrylate (B) adds each monomer and reaction solvent to a reactor, and performs heating after a nitrogen purge, by supplying the initiator generally used, a polymerization is performed and each polymer is obtained.

[0013] Naphthalene is added to chlorinated paraffin as an approach of obtaining the Pori alkylation naphthalene condensate (C), and it heats and dissolves, and is obtained by supplying the aluminum chloride which is a catalyst and making it react there.

[0014] These the above-mentioned three kinds adjust to 10 - 80% of concentration with mineral oil etc. preferably so that easily [handling], and they are used by changing three kinds of mixed rates.

[0015] It is also desirable for especially limitation not to be carried out if the addition approach of the delow assistant about this invention is dissolved in homogeneity into the ** low hydrocarbon oil before cooling, but to dissolve beforehand into a delow solvent in respect of working efficiency. In addition, the delow assistant about this invention

may add other components in the range which does not spoil the effectiveness of this invention.

[0016]

[Embodiment of the Invention] The delow assistant which melts a ** low hydrocarbon oil to a delow solvent, and consists of a component (A), (B), and (C) is added, and it is made homogeneity and heats. Subsequently, the slurry which cools mixture to predetermined temperature and which consists of a deposit wax, dewaxing oil, a delow solvent, and a delow assistant in this cooling is made to generate, and dewaxing oil is obtained by filtration performing wax separation for a slurry subsequently, and removing a delow solvent. The filtration velocity at this time and dewaxing oil yield were measured, and the engine performance of a delow assistant was evaluated.

[0017]

[Example] Although a synthetic example, a test method, and an example are raised to below and this invention is explained to it, this invention is not limited to these synthetic examples, a test method, and an example.

[0018] The alkylmetaacrylate and the reaction solvent of synthetic example 1 carbon numbers 12-18 (% [of C / 12= 24], % [of C / 14= 23], % [of C / 16= 27], 18= 25% of C) were fed into the reaction container, the nitrogen purge was fully performed, the initiator currently generally used after that was added, the temperature up was performed, and the poly alkylmetaacrylate (A) of average molecular weight 450,000 was obtained by riping after that for 10 hours.

[0019] The alkyl acrylate and the reaction solvent of synthetic example 2 carbon numbers 18-22 (% [of C / 18= 43], % [of C / 20= 11], 22= 44% of C) were fed into the reaction container, the nitrogen purge was fully performed, the initiator currently generally used after that was added, the temperature up was performed, and the poly alkyl acrylate (B) of average molecular weight 400,000 was obtained by riping after that for 8 hours.

[0020] Chlorinated paraffin and naphthalene are thrown in into a synthetic example 3 reaction container, it heats at 60-65 degrees C, and the anhydrous chlorination aluminum which is a catalyst is continuously dropped there in 30 minutes. Several minutes are taken after addition, and hydrochloric acid gas is generated violently and it reacts. Steam is introduced in 5 hours after catalyst dropping, and a catalyst is made to decompose. It washes well in 5% water solution of *****, warm water, and 1% sodium-hydrogencarbonate water solution until it adds toluene and aluminum ion is lost. The water which remains carries out **** dehydration with toluene, is removed, and is changed into an anhydrous condition. It is made to react for 2 hours, adding alkyl ethylenediamine 0.5% and making it flow back in the boiling point of toluene, since some organic chlorine is contained at this time. Then, it rinsed until it cooled and became neutrality, and the Pori alkylation naphthalene condensate (C) of average molecular weight 40,000 was obtained by distilling out toluene.

[0021] The alkyl acrylate and the reaction solvent of synthetic example 4 carbon numbers 12-15 (% [of C / 12= 20], % [of C / 13= 31], % [of C / 14= 33], 15= 16% of C) were fed into the reaction container, the nitrogen purge was fully performed, the initiator currently generally used after that was added, the temperature up was performed, and the poly alkyl acrylate (D) of average molecular weight 400,000 was obtained by riping after that for 10 hours.

[0022] The ***** low hydrocarbon oil (a light system, a heavy system, bright stock) was heated and dissolved in normal hexane (they are 4 times to a ** low hydrocarbon oil) at 50 degrees C, and it cooled to -40 degrees C by part for cooling rate/of 2 degrees C, adding and stirring the delow assistant compounded above there. A wax, normal hexane, dewaxing oil, and the filter cloth that is using the slurry which consists of a delow assistant for system equipment were used after that, filtration under reduced pressure was performed by 600mmHg, the rate when being set to 50ml was found, and yield was calculated from weight except for the obtained filtrate and the normal hexane in which the wax after filtration contains respectively by the evaporator.

[0023] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 1 composition, (B)0.1g obtained in the synthetic example 2, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[0024] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 2 composition, (B)0.1g obtained in the synthetic example 2, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[0025] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 3 composition, (B)0.05g obtained in the synthetic example 2, and (C)1.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[0026] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 4 composition, (B)0.05g obtained in the synthetic example 2, and (C)1.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[0027] An example of comparison 1 delow assistant was not added, but only 200g only of light system ** low hydrocarbon oils was used, and it examined according to the test method.

[0028] (A)1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 2 composition, (D)0.1g obtained in the synthetic example 4, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[0029] (A)1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 3 composition, (D)0.1g obtained in the synthetic example 4, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[0030] (A) (B) 1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 4 composition was mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these two-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[which was obtained in 4.0g and the synthetic example 4]

[0031] (A) (B) 1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 5 composition was mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these two-sort mixture, and 200g of light system ** low hydrocarbon oils.

[which was obtained in 4.0g and the synthetic example 4]

[0032] The delow engine performance to the light system ** low hydrocarbon oil obtained in the above examples 1-4 and the examples 1-5 of a comparison was shown in Table 1.

[0033]

[Table 1]

ライト系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	重量比	添加量 (%)	ろ過速度 (ml/s)	脱ロウ油 収率 (%)
実施例 1	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.25	51.0	59.8
実施例 2	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.10	42.0	58.2
実施例 3	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.25	41.9	57.9
実施例 4	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.10	40.3	57.2
比較例 1	—	—	—	20.8	48.9
比較例 2	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.25	30.2	58.6
比較例 3	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.10	29.2	55.1
比較例 4	A/B	4.0/1.0	0.25	27.5	54.2
比較例 5	A/B	4.0/1.0	0.10	25.5	56.5

[0034] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 5 composition, (B)0.1g obtained in the synthetic example 2, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[0035] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 6 composition, (B)0.1g obtained in the synthetic example 2, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[0036] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 7 composition, (B)0.05g obtained in the synthetic example 2, and (C)1.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[0037] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 8 composition, (B)0.05g obtained in the synthetic example 2, and (C)1.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[0038] An example of comparison 6 delow assistant was not added, but only 200g only of heavy system ** low hydrocarbon oils was used, and it examined according to the test method.

[0039] (A)1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 7 composition, (D)0.1g obtained in the synthetic example 4, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[0040] (A)1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 8 composition, (D)0.1g obtained in the synthetic example 4, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in

0.2g of these three-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[0041] (A) (B) 1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 9 composition was mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these two-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[which was obtained in 4.0g and the synthetic example 4]

[0042] (A) (B) 1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 10 composition was mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these two-sort mixture, and 200g of heavy system ** low hydrocarbon oils.

[which was obtained in 4.0g and the synthetic example 4]

[0043] The delow engine performance to the heavy system ** low hydrocarbon oil obtained in the above examples 5-8 and the examples 6-10 of a comparison was shown in Table 2.

[0044]

[Table 2]

ヘビー系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剂	重量比	添加量 (%)	ろ過速度 (ml/s)	脱ロウ油 収率 (%)
実施例 5	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.25	120.2	66.2
実施例 6	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.10	108.1	68.9
実施例 7	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.25	78.3	60.3
実施例 8	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.10	70.8	59.7
比較例 6	—	—	—	17.6	60.0
比較例 7	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.25	50.9	60.0
比較例 8	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.10	48.3	57.3
比較例 9	A/B	A/B	0.25	38.6	59.9
比較例 10	A/B	A/B	0.10	30.5	58.3

[0045] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 9 composition, (B)0.1g obtained in the synthetic example 2, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[0046] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 10 composition, (B)0.1g obtained in the synthetic example 2, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[0047] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 11 composition, (B)0.05g obtained in the synthetic example 2, and (C)1.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[0048] (A)1.0g obtained in the example 1 of example 12 composition, (B)0.05g obtained in the synthetic example 2, and (C)1.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[0049] An example of comparison 11 delow assistant was not added, but only 200g only of bright-stock ** low hydrocarbon oils was used, and it examined according to the test method.

[0050] (A)1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 12 composition, (D)0.1g obtained in the synthetic example 4, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these three-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[0051] (A)1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 13 composition, (D)0.1g obtained in the synthetic example 4, and (C)2.0g obtained in the synthetic example 3 were mixed, and it examined according to the test method in 0.2g of these three-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[0052] (A) (B) 1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 14 composition was mixed, and it examined according to the test method in 0.5g of these two-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[which was obtained in 4.0g and the synthetic example 4]

[0053] (A) (B) 1.0g obtained in the example 1 of example of comparison 15 composition was mixed, and it examined

according to the test method in 0.2g of these two-sort mixture, and 200g of bright-stock ** low hydrocarbon oils.

[which was obtained in 4.0g and the synthetic example 4]

[0054] The delow engine performance to the bright-stock ** low hydrocarbon oil obtained in the above examples 9-12 and the examples 11-15 of a comparison was shown in Table 3.

[0055]

[Table 3]

ブライトストック含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	重量比	添加量 (%)	ろ過速度 (ml/s)	脱ロウ油 収率 (%)
実施例 9	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.25	60.8	58.8
実施例 10	A/B/C	1.0/0.1/2.0	0.10	50.9	55.8
実施例 11	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.25	40.8	52.0
実施例 12	A/B/C	1.0/0.05/1.0	0.10	38.6	50.0
比較例 11	—	—	—	9.8	46.1
比較例 12	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.25	25.9	48.3
比較例 13	A/D/C	1.0/0.1/2.0	0.10	22.3	49.3
比較例 14	A/B	A/B	0.25	19.9	49.2
比較例 15	A/B	A/B	0.10	15.3	47.2

[0056]

[Effect of the Invention] Filtration velocity is sharply improvable, if the dewaxing assistant of this invention article is used in a delow process so that more clearly than Tables 1-3. In the examples 2-5 of a comparison, 7-10, and 12-15, filtration velocity and yield improve compared with the case (examples 1, 6, and 11 of a comparison) where a delow assistant is not used at all. However, in three-kind mixing by this invention, it is effective in raising filtration velocity from the example of a comparison. This is the effectiveness according to rank by this invention article.

[Translation done.]